



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

①2 **Offenlegungsschrift**
①0 **DE 101 30 754 A 1**

⑤1 Int. Cl.⁷:
F 25 J 3/04

②1 Aktenzeichen: 101 30 754.3
②2 Anmeldetag: 26. 6. 2001
④3 Offenlegungstag: 2. 1. 2003

DE 101 30 754 A 1

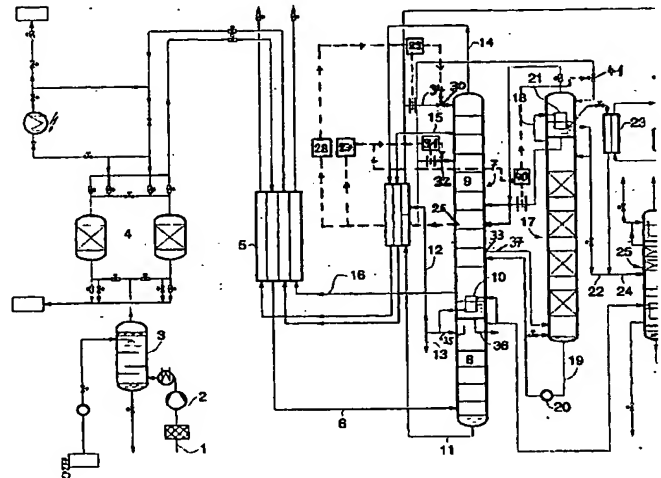
⑦1 Anmelder:
Linde AG, 65189 Wiesbaden, DE

⑦2 Erfinder:
Dauer, Heinrich, 80686 München, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤4 Regelung einer Luftzerlegungsanlage mit Argongewinnung

⑤7 Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Regelung der Kapazität einer Luftzerlegungsanlage mit einer bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) und einer bei höherem Druck arbeitenden Säule (8) sowie einer Rohargonsäule (17), wobei zur Argongewinnung ein Fluideinsatzstrom (37) aus der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) an einer Zwischenstelle (33) abgezogen und der Rohargonsäule (17) zugeführt wird und wobei die Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms (37) geregelt wird, wozu eine Stellgröße ermittelt wird. Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass zur Ermittlung der Stellgröße in der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) an einer Messstelle (26) Konzentrationsmessungen durchgeführt werden, wobei die Messstelle (26) mindestens einen theoretischen oder praktischen Rektifizierboden oberhalb oder unterhalb der Zwischenstelle (33) liegt.



DE 101 30 754 A 1

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung der Kapazität einer Luftzerlegungsanlage mit einer bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule und einer bei höherem Druck arbeitenden Säule, sowie einer Rohargonsäule, wobei zur Argongewinnung ein Fluideinsatzstrom aus der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule an einer Zwischenstelle abgezogen und der Rohargonsäule zugeführt wird, und wobei die Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms geregelt wird, wozu eine Stellgröße ermittelt wird.

[0002] Die Erfindung betrifft des Weiteren eine Vorrichtung zur Regelung der Kapazität einer Luftzerlegungsanlage mit einer bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule und einer bei höherem Druck arbeitenden Säule, sowie einer Rohargonsäule, sowie einer Leitung für einen Fluideinsatzstrom, der zur Argongewinnung aus der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule an einer Zwischenstelle abgezogen und der Rohargonsäule zugeführt wird, und einer Regeleinrichtung für die Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms, mit deren Hilfe die Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms geregelt wird, wozu eine Stellgröße ermittelt wird.

[0003] Zur Regelung der Konzentration eines Fluideinsatzstroms zur Rohargonsäule ist es bekannt, die Sauerstoffkonzentration im Fluideinsatzstrom an der Zwischenstelle in der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule zu messen. Dabei wird von der messtechnisch leicht zugänglichen Sauerstoffkonzentration auf die für die Prozess-Stabilität entscheidende Stickstoffkonzentration geschlossen. Der gewünschte Wert für die Stickstoffkonzentration wird dabei entweder durch Variation der Entnahme von gasförmigem Sauerstoff aus der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule, oder durch Variation der Rücklaufmenge an flüssigem Stickstoff zu der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule, oder durch Änderung der Stickstoffzufuhrmenge eingestellt, falls ein Stickstoffzufuhr zu einer bei höherem Druck arbeitenden Säule vorgesehen ist.

[0004] Bei diesen Vorgehensweisen tritt u. a. das Problem auf, dass die an der Zwischenstelle gemessene Sauerstoffkonzentration nicht in jedem Fall mit der Stickstoffkonzentration korreliert ist. Darüber hinaus führen die beschriebenen Regeleingriffe zu einer Erhöhung des Energieverbrauchs oder anders betrachtet zu einer Verschlechterung der Ausbeute der Luftzerlegungsanlage.

[0005] Luftzerlegungsanlagen zur Gewinnung von Argon sind allgemein bekannt und in der Fachliteratur, beispielsweise in Hausen/Linde, Tieftemperaturtechnik, 2. Auflage, S. 332 ff, ausführlich beschrieben.

[0006] In der Regel wird in diesen Anlagen ein Zweisäulenapparat zur Zerlegung der Luft eingesetzt, der eine bei höherem Druck arbeitende Säule (meist Drucksäule oder Druckstufe genannt) und eine bei niedrigerem Druck arbeitende Säule (meist Niederdrucksäule oder Niederdruckstufe genannt) aufweist.

[0007] Die Siedetemperatur des Argons ist 87,3 Kelvin und liegt zwischen den Siedetemperaturen von Sauerstoff (90,2 Kelvin) und Stickstoff (77,4 Kelvin). Aus diesem Grund wird das Argon durch Rektifikation von oben und von unten her nach dem Inneren der Säule gedrängt. Das Argon staut sich damit in der Säule an, weshalb die Niederdrucksäule manchmal als "Argonfalle" bezeichnet wird. In der Niederdrucksäule, die auch als obere Säule bezeichnet wird, bildet sich sowohl im oberen wie auch im unteren Abschnitt ein sogenannter Argonbauch. Bevorzugt wird dem unteren Abschnitt eine gasförmige argonhaltige Fraktion an der Stelle entnommen, an der die aufsteigenden Dämpfe ca. 90% Sauerstoff, ca. 10% Argon und weniger als 0,1% Stickstoff enthalten. Dieser Fluideinsatzstrom wird einer beson-

deren Rektifiziersäule zugeführt, die als Rohargonsäule bezeichnet wird und in der das Argon im Wesentlichen vom Sauerstoff befreit wird.

[0008] Bei Änderungen der Kapazität und somit des Betriebszustands einer Luftzerlegungsanlage, beispielsweise durch Erhöhung der Menge an Einsatzluft, treten Prozessstörungen auf, die Reinheitsverluste für alle Produkte mit sich bringen. Um die Produktreinheit konstant zu halten, ist es erforderlich das Verhältnis von Flüssigkeit zu Dampf (F/D-Verhältnis) in einer Rektifikationskolonne konstant zu halten.

[0009] Des Weiteren ist auch eine Erhöhung der Sauerstoffkonzentration im Fluideinsatzstrom nicht erwünscht, da sie zu einer Verminderung der Argonausbeute führt.

[0010] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine besonders günstige Regelung der Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms zur Rohargonsäule einer Luftzerlegungsanlage mit Argongewinnung zur Verfügung zu stellen.

[0011] Ziel der Regelung ist insbesondere einen vorab festzulegenden Sollwert einzuhalten. Bevorzugt ist dieser Sollwert die Stickstoffkonzentration im Fluideinsatzstrom, der in die Rohargonsäule eingespeist wird.

[0012] Diese Aufgabe wird verfahrensseitig dadurch gelöst, dass zur Ermittlung der Stellgröße in der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule an einer Messstelle Konzentrationsmessungen durchgeführt werden, wobei die Messstelle mindestens einen theoretischen oder praktischen Rektifizierboden oberhalb oder unterhalb der Zwischenstelle liegt. Dabei ist die Zwischenstelle mindestens einen theoretischen oder praktischen Rektifizierboden oberhalb vom Sumpf der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule angeordnet. Bevorzugt wird als Stellgröße die Sauerstoffkonzentration gemessen. Beispielsweise ist die Messstelle zwischen dem 54ten und dem 55ten theoretischen (oder praktischen) Rektifizierboden oberhalb der Zwischenstelle angeordnet. Ein anderes Beispiel für eine vorteilhafte Festlegung der Messstelle stellt die Anordnung derselben zwischen dem 40ten und dem 41ten theoretischen (oder praktischen) Rektifizierboden unterhalb der Zwischenstelle dar. Diese Beispiele beziehen sich auf eine Luftzerlegungsanlage mit einer Niederdrucksäule mit insgesamt ca. 85 theoretischen (oder praktischen) Rektifizierböden.

[0013] Vorteilhaft wird die Entnahmemenge an gasförmigem Sauerstoff (GOX) aus der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration eingestellt. Dabei ist es zweckdienlich auf einen gemessenen Anstieg beispielsweise der Sauerstoffkonzentration mit einer Erhöhung der GOX-Entnahme zu reagieren. Umgekehrt wird einem Abfall der Sauerstoffkonzentration mit einer Verminderung der GOX-Entnahme entgegengesteuert.

[0014] In einer anderen vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung wird die Rücklaufmenge an flüssigem Stickstoff (LIN) in die bei niedrigerem Druck arbeitende Säule in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration eingestellt. Zweckmäßigerweise wird zum Beispiel bei einer Erhöhung der Sauerstoffkonzentration die LIN-Rücklaufmenge erhöht. Im umgekehrten Fall, nämlich bei einer Verminderung der Sauerstoffkonzentration, wird die LIN-Rücklaufmenge erniedrigt.

[0015] Gemäß einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung wird die Rücklaufmenge des in die bei höherem Druck arbeitende Säule einzuspeisenden Stickstoffs in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration eingestellt. Zweckmäßigerweise wird bei dieser Ausgestaltung bei Erhöhung der gemessenen Sauerstoffkonzentration die Rücklaufmenge des in die bei höherem Druck arbeitende Säule eingespeisten Stickstoffs herabgesetzt.

[0016] Gemäß einer Weiterbildung der Erfindung wird die in die bei höherem Druck und in die bei niedrigerem Druck arbeitende Säule einzuspeisende Menge an flüssiger Luft in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration verteilt. Beispielsweise ist eine derartige Einspeisung von flüssiger Luft bei Luftzerlegungsanlagen mit Innenverdichtung oder mit Luftkreislauf vorgesehen. Besonders vorteilhaft wird die flüssige Luft so verteilt, dass das F/D-Verhältnis konstant gehalten wird. Bei der Einspeisung und Verteilung der flüssigen Luft gibt es prinzipiell zwei Varianten. Zum einen wird der Strom der flüssigen Luft vor dem Eintritt in die Drucksäule aufgeteilt. Der Anteil für die Niederdrucksäule wird direkt dorthin geleitet. Zum anderen ist es aber auch möglich, zunächst die Gesamtmenge an flüssiger Luft in die Drucksäule einzuspeisen, um den Anteil, der in die Niederdrucksäule geleitet werden soll sofort wieder zu entnehmen und dorthin zu leiten. Die Aufteilung des Stroms findet dabei in der Drucksäule statt. Beide Varianten sind beim erfindungsgemäßen Verfahren einsetzbar.

[0017] Vorrichtungseitig wird die gestellte Aufgabe dadurch gelöst, dass zur Ermittlung der Stellgröße eine Messeinrichtung in der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule an einer Messstelle angeordnet ist, die mindestens einen theoretischen oder praktischen Rektifizierboden oberhalb oder unterhalb der Zwischenstelle liegt, sowie Mittel zur Übertragung von auf der Stellgröße basierenden Steuersignalen an die Regeleinrichtung vorgesehen sind.

[0018] Die Erfindung weist den Vorteil auf, dass durch die erfindungsgemäße Regelung der Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms zur Rohargonsäule auch bei einer Änderung der Kapazität der Luftzerlegungsanlage eine annähernd gleichbleibend gute Argonausbeute mit einer höchstens geringen Erhöhung des Energiebedarfs sichergestellt ist. Darüber hinaus ist es von Vorteil, dass die Messung der Sauerstoffkonzentration meßtechnisch einfach durchzuführen ist und an der erfindungsgemäßen Messstelle sich eine Änderung des Betriebszustands einer Luftzerlegungsanlage schnell bemerkbar macht. Daher sind mit der erfindungsgemäßen Regelung Regeleingriffe in kurzem zeitlichem Abstand zum Auftreten einer Prozessänderung in der Luftzerlegungsanlage möglich. Dies stellt einen besonderen Vorteil dar.

[0019] Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im folgenden anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert. Hierbei zeigt die

[0020] Figur ein Ausführungsbeispiel einer erfindungsgemäßen Luftzerlegungsanlage.

[0021] Atmosphärische Luft wird bei 1 angesaugt, im Luftverdichter 2 komprimiert, vorgekühlt (3), in einer Molsiebstation 4 von Kohlendioxid und Wasserdampf befreit, im Hauptwärmetauscher 5 auf etwa Taupunkt abgekühlt und schließlich über Leitung 6 in die Druckstufe 8 einer Doppelsäule 7 eingeführt. Druckstufe 8 und Niederdruckstufe 9 der Doppelsäule 7 stehen über einen Kondensator-Verdampfer 10 in wärmetauschender Verbindung. Sumpfflüssigkeit 11 und flüssiger Stickstoff 12 aus der Drucksäule 8 werden mindestens zum Teil in die Niederdrucksäule 9 eingedrosselt. Die gasförmigen Produkte der Niederdrucksäule, reiner Stickstoff 14, unreiner Stickstoff 15 und gasförmiger Sauerstoff 16, werden im Hauptwärmetauscher 5 gegen zu zerlegende Luft auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt. Falls gewünscht, können auch Flüssigprodukte gewonnen werden: Stickstoff über Leitung 13 und/oder Sauerstoff 36 vom Sumpf der Niederdrucksäule 9. Insbesondere in diesem Fall wird in der Regel Kälte durch arbeitsleistende Entspannung von Prozeßströmen erzeugt, beispielsweise in einem mit Luft oder Stickstoff betriebenen Kältekreislauf mit ei-

ner, zwei oder mehr Entspannungsturbinen oder durch arbeitsleistende Entspannung von Luft auf etwa Niederdrucksäuleniveau und Direkteinspeisung der Luft.

[0022] An einer Zwischenstelle 33 der Niederdrucksäule 9 wird eine argonhaltige Sauerstofffraktion 37 als Fluideinsatzstrom 37 abgezogen und in einer Rohargonsäule 17 in am Kopf der Säule anfallendes Rohargon 18 und eine Restflüssigkeit 19 zerlegt, die – gegebenenfalls mit Hilfe einer Pumpe 20 – in die Niederdrucksäule 9 zurückgespeist wird. Die Rohargonfraktion 18 wird in einem Rohargonkondensator 21 gegen verdampfende Sumpfflüssigkeit 11 aus der Drucksäule 8 mindestens teilweise kondensiert. Das Kondensat wird zu einem Teil als Rücklauf auf die Rohargonsäule 17 aufgegeben und zu einem anderen Teil als Zwischenprodukt 22, 24 abgezogen. In der Figur ist gezeigt, wie nicht kondensiertes Rohargon in einem Wärmetauscher 23 gegen eine Flüssigfraktion (hier: Stickstoff) kondensiert und dann mit dem flüssig abgezogenen Teil 22 zur Rohargonfraktion 24 vereinigt werden kann. Die Rohargonfraktion 24, die den Einsatz für die Reinargonsäule 25 bildet, enthält noch etwa 0,1 bis 1000 ppm, vorzugsweise weniger als 10 ppm schwererflüchtige Komponenten (vor allem Sauerstoff) und etwa 0,1 bis 5%, vorzugsweise 0,5 bis 1% leichterflüchtige Verunreinigungen (insbesondere Stickstoff).

[0023] Für eine erfindungsgemäße Regelung wird an einer Messstelle 26 die Sauerstoffkonzentration gemessen. Die Messwerte dienen zwei Regelbausteinen (QICs) 27 und 28 als Eingangswerte. In diesem Beispiel wird die Regelung über die Rücklaufmenge an flüssigem Stickstoff (LIN) 34 in die bei niedrigerem Druck arbeitende Säule 9 näher ausgeführt:

[0024] Ein Durchflussmesser (FIC) 29 regelt ein Ventil 30, indem die Ventilöffnung in Abhängigkeit von den Ausgangssignalen des Regelbausteins (QIC) 28 und den Messwerten, die der Durchflussmesser für die Rücklaufmenge 34 vor dem Ventil 30 ermittelt, eingestellt wird.

[0025] Außerdem wird in Abhängigkeit von den Ausgangssignalen eines Regelbausteins (QIC) 27 die Rücklaufmenge der Sumpfflüssigkeit 11 aus der Drucksäule 8 in die Niederdrucksäule 9 unter Einsatz eines Durchflussmessers (FIC) 31 geregelt, der ein Ventil 32 ansteuert.

[0026] Des Weiteren wird mit den Ausgangssignalen des Regelbausteins (QIC) 27 ein Durchflussmesser (FIC) 40 angesteuert, der die Rücklaufmenge der Sumpfflüssigkeit 11 aus dem Rohargonkondensator 21 in die Niederdrucksäule 9 misst und die Einspeisemenge an Sumpfflüssigkeit 11 in den Rohargonkondensator 21 über das Ventil 41 regelt.

[0027] Die Säulen des Rektifiziersystems können Böden und/oder Packungen und/oder Kombinationen beider Typen von Stoffaustauschelementen enthalten. Wie in der Zeichnung dargestellt, ist insbesondere in der Rohargonsäule der Einsatz einer – vorzugsweise geordneten – Packung günstig, da damit die rein rektifikatorische Entfernung des Sauerstoffs möglich ist (siehe EP-B-377117). Aber auch die Doppelsäule 7, insbesondere die Niederdrucksäule 8 kann Packungen enthalten, beispielsweise geordnete.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Regelung der Kapazität einer Luftzerlegungsanlage mit einer bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) und einer bei höherem Druck arbeitenden Säule (8), sowie einer Rohargonsäule (17), wobei zur Argongewinnung ein Fluideinsatzstrom (37) aus der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) an einer Zwischenstelle (33) abgezogen und der Rohargonsäule (17) zugeführt wird, und wobei die Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms (37) geregelt wird,

wozu eine Stellgröße ermittelt wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Ermittlung der Stellgröße in der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) an einer Messstelle (26) Konzentrationsmessungen durchgeführt werden, wobei die Messstelle (26) mindestens einen theoretischen oder praktischen Rektifizierboden oberhalb oder unterhalb der Zwischenstelle (33) liegt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass als Stellgröße die Sauerstoffkonzentration gemessen wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Entnahmemenge an gasförmigem Sauerstoff (GOX) (16) aus der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration eingestellt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Rücklaufmenge an flüssigem Stickstoff (LIN) (34) in die bei niedrigerem Druck arbeitende Säule (9) in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration eingestellt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Rücklaufmenge des in die bei höherem Druck arbeitende Säule (8) einzuspeisenden Stickstoffs (35) in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration eingestellt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass die in die bei höherem und in die bei niedrigerem Druck arbeitende Säule (8, 9) einzuspeisende Menge an flüssiger Luft in Abhängigkeit von der gemessenen Konzentration verteilt wird.

7. Vorrichtung zur Regelung der Kapazität einer Luftzerlegungsanlage mit einer bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) und einer bei höherem Druck arbeitenden Säule (8), sowie einer Rohargonsäule (17), sowie einer Leitung für einen Fluideinsatzstrom (37), der zur Argongewinnung aus der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) an einer Zwischenstelle (33) abgezogen und der Rohargonsäule (17) zugeführt wird, und einer Regeleinrichtung für die Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms (37), mit deren Hilfe die Zusammensetzung des Fluideinsatzstroms (37) geregelt wird, wozu eine Stellgröße ermittelt wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Ermittlung der Stellgröße eine Messeinrichtung in der bei niedrigerem Druck arbeitenden Säule (9) an einer Messstelle (26) angeordnet ist, die mindestens einen theoretischen oder praktischen Rektifizierboden oberhalb oder unterhalb der Zwischenstelle (33) liegt, sowie Mittel zur Übertragung von auf der Stellgröße basierenden Steuersignalen an die Regeleinrichtung (27, 28, 29, 31, 40) vorgesehen sind.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

55

60

65

- Leerseite -

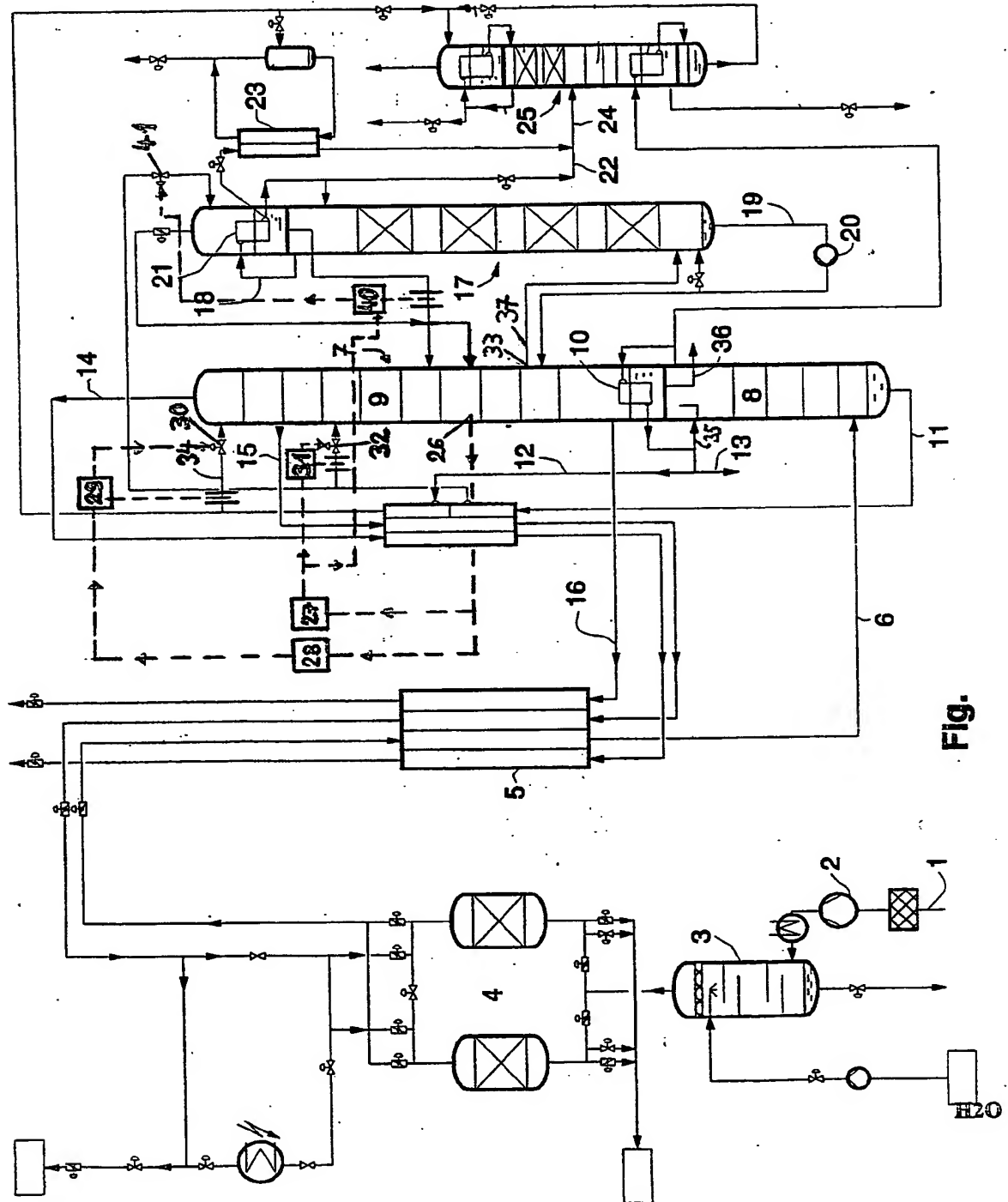


Fig. 1